

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-2011

(43)公開日 平成6年(1994)1月11日

(51)IntCl ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 3/14	P			
3/02	L			
B 2 8 B 3/00	1 0 2	9261-4G		
C 0 4 B 35/64	L			

審査請求 有 請求項の数1(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-166158

(22)出願日 平成4年(1992)6月24日

(71)出願人 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(74)上記1名の復代理人 弁理士 西澤 利夫 (外1名)

(71)出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(74)上記1名の代理人 弁理士 西澤 利夫

(72)発明者 高柳 猛

愛知県海部郡弥富町大字鎌島字四畝割2-11

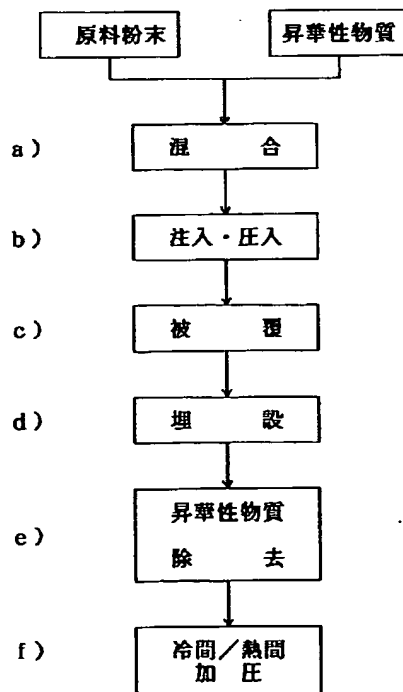
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 粉末成形品の製造法

(57)【要約】

【構成】 金属、合金、金属間化合物およびセラミックの群から選択される1種または2種以上の粉末と、昇華性物質の1種または2種以上の粉末もしくはその融体とを混合して金型内に注入または圧入して成形体とし、この成形体を必要に応じて耐火物の粉末またはスラリーで被覆した後にセラミック粉末を充填した容器内に埋設し、昇華性物質を除去し、冷間または熱間加圧処理する。

【効果】 複雑形状の成形品であっても、密度、組成、さらには特性の均一化が向上し、簡便に、低コストプロセスとして粉末成形品製造が可能となる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属、合金、金属間化合物およびセラミックの群から選択される1種または2種以上の粉末と、昇華性物質の1種または2種以上の粉末もしくはその融体とを混合して金型内に注入または圧入して成形体とし、この成形体をセラミック粉末を充填した容器内に埋設し、昇華性物質を除去し、冷間または熱間加圧処理することを特徴とする粉末成形品の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、粉末成形品の製造法に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、ガスタービン、ジェットエンジンの動翼やディスク等の複雑形状を有する高強度成形品の等方性成形方法等として有用な粉末成形品の製造法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】近年、TiAl、Ti₃Al等の金属間化合物や、セラミックス、あるいは金属、合金、金属間化合物とセラミックとの複合材料による超耐熱性、軽量高強度材料をガスタービンやジェットエンジンの動翼、タービンディスクに用いることが検討されている。また、このような応用分野は、その他の機械部品、構造材、化学装置等へ拡大されるものとして期待されている。

【0003】そして、これらの材料の成形は、複雑形状品としての成形に好適なものであるとして、いわゆる粉末成形方法として検討され、すでに実用化されはじめてもいる。この方法としては、いわゆるセラミックモールド方法として知られているものがある。このセラミックモールド方法は、たとえば図2に示したように、多孔質のセラミックからなる所定の形状のセラミック型を製造し、この型の内部に原料のチタン合金粉末等の粉末を充填し、この型ごと単純形状の金属容器内に挿入し、この容器内の空隙をセラミック粉末（二次圧媒）で充填し、金属容器内部全体を真空引き、密封した後に、HIP処理する方法である。

【0004】この方法は、かなり複雑な形状の製品にも適用できるという利点があり、これまでのところ、最も優れた異形成形技術であると考えられている。また、前記セラミック型に代わるものとしてガラス型を用いた粉末成形方法も提案されている。しかしながら、このような利点にもかかわらず、従来の粉末成形方法の場合には複雑形状のセラミック型やガラス型内への金属、合金等の原料粉末の充填密度を均一化しにくいため、どうしても成形品組成が不均一となり、特性の信頼性の面で問題があった。また、複雑形状品の成形とするためのセラミック型やガラス型そのものの製造が難しく、コスト低減も難しいのが実情であった。

【0005】このため、成形密度、その組成において均一性に優れ、しかも成形型製造の容易な新しい粉末成形

技術の確立が強く望まれていた。この発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、従来のセラミックモールド等の粉末成形方法の欠点を解消し、成形精度はもちろんのこと、密度、組成の均一性に優れた粉末成形品を、簡便に、低コストで製造することのできる新しい方法を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】この発明は、上記の課題を解決するものとして、金属、合金、金属間化合物およびセラミックの群から選択される1種または2種以上の粉末と、昇華性物質の1種または2種以上の粉末もしくはその融体とを混合して金型内に注入または圧入して成形体とし、この成形体をセラミック粉末を充填した容器内に埋設し、昇華性物質を除去し、冷間または熱間加圧処理することを特徴とする粉末成形品の製造法を提供する。

【0007】また、この発明は、前記の埋設に際し、あらかじめ成形体を耐火物の粉末またはスラリーで被覆することや、昇華性物質の除去後に等方的加圧処理（HIP・CIP）すること等をその一つの態様としてもいい。すなわち、この発明の粉末成形品の製造方法は、図1にそのプロセスを例示した通り、これまでにない特徴的な手段を採用している。

a) まず、この方法においては、金属、合金、金属間化合物およびセラミックの群から選択される1種または2種以上の原料粉末を、昇華性物質の1種または2種以上の粉末またはその融体と混合する。

【0008】この場合、原料粉末の種類には特に限定はなく、これまで粉末成形に使用されてきているチタン、ニッケル、ニオブ等の金属や各種の合金、あるいはTi₃Al、TiAl、Ni₃Al、NiAl、Nb₃Sn等の金属間化合物、さらには、アルミナ、ジルコニア、シリカ、イットリア、チタニア、マグネシア、窒化ケイ素、炭化ケイ素、炭化チタン等の酸化物、窒化物、炭化物、ホウ化物等の適宜なセラミックの群から選択することができる。

【0009】この原料粉末については、一般的にはその粒径を平均粒径として150μm以下程度とすることが好ましい。そして、これらの原料粉末に混合する昇華性物質としては、従来公知の各種のものをはじめとして適宜に使用でき、たとえば、ナフタリン、パラジクロルベンゼン、ジクロルナフタリン、ジクロル安息香酸、ジオキシナフタリン、ジエトオキサール酸、キシロキノン等を例示することができる。

【0010】これらの昇華性物質は通常、原料粉末との合計量に対して10～50重量%の割合で使用される。粉末あるいは融体のいずれで使用するもよい。粉末として用いる場合には、その粒径を500μm以下程度とするのが好ましい。ただし、半熔融の状態でもよいことから、粒径についての限定は特に厳密とする必要はない。

b) 次いで、得られた混合物は、所要の形状の金型内に注入もしくは圧入して成形体とする。

【0011】この時の圧入時の圧力にも特に限定はない。1～50kg/cm²程度から適宜に選択して加圧すればよい。圧入するかどうかや、また圧入時の圧力、温度については、対象とする原料粉末と昇華性物質の種類、あるいは成形品の形状等を考慮して決めることができる。より複雑な形状を成形する場合には、一般的には圧入条件を採用するのが好ましい。

【0012】金型については、金属、セラミックス、あるいは樹脂等によって形成してもよい。

c) 成形体は金型より取出し、必要に応じてその表面に耐火物の粉末またはスラリーで被覆する。たとえば天然耐火物粉やそのスラリー、あるいはアルミナゾル、ジルコニアゾル、シリカゾル等の適宜なセラミック被覆を施すことができる。CIP等の手段を採用して粉末被覆してもよい。

d) この被覆した、または被覆しないままの成形体は、次にアルミナ、ジルコニア等のセラミック粉末を充填した金属容器内に埋設する。

e) この埋設状態において、大気圧下あるいは減圧下において任意の温度で昇華性物質を除去する。

【0013】通常、この昇華性物質の除去は 1×10^{-3} ～ 1×10^{-1} Torr程度の減圧下に、50℃～60℃程度以下に加温することで円滑に実施することができる。

f) 真空、あるいは不活性ガス雰囲気下において、冷間または熱間加圧処理し、所要の粉末成形品を得る。H*

*IP・CIPの等方的加圧処理としてもよい。この時の条件は、対象原料粉末の種類によって適宜に設定することができる。

【0014】以上のプロセスより明らかなように、この発明においては、従来のモールド方法のように、複雑形状品としてのセラミック型やガラス型を使用することがない。このため、複雑形状の成形品であっても、その密度、組成の均一化が確保され、かつ簡便な低コストプロセスとしての粉末成形品の製造が可能となる。以下、実施例を示し、さらに詳しくこの発明の製造法について説明する。

【0015】

【実施例】

実施例1

TiAlの粉末(平均粒径約130 μ m)500gにパラジクロルベンゼン粉250gを配合し攪拌機でよく混合した。この混合物を62℃に加熱してパラジクロルベンゼンを溶融して金型へ注入し、成形体とした。この成形体の表面をアルミナ粉にアルミナゾルを配合したスラリーで被覆し、Ti製円筒缶内に充填したアルミナ粉中に埋設した。引きつづき30℃の温度、 10^{-2} Torrの減圧下でパラジクロルベンゼンを昇華させてから、1200℃、1000kgf/cm²のAr雰囲気中でHIP処理を行い所要の形状のTiAl製タービン動翼を得た。その密度は3.96g/cm³であり、強度は、次の表1の通りであった。

【0016】

【表1】

測定温度 (°C)	引張強さ (kgf/mm ²)	伸び (%)
25	46.5	1.2
600	43.1	1.0
700	42.5	1.7
800	34.8	15.0

【0017】この方法によって、成形品の密度、組成、ひいては耐熱性、強度等の特性の均一な成形品が得られ、製造も従来に比べてはるかに簡便で、かつ低コストに可能であった。

実施例2

Nb₃Sn粉末500gにナフタリン粉130gを配合し、攪拌機でよく混合した。この混合物を90℃に加熱してナフタリンを溶融し、金型へ注入し超伝導性成形体※50

※とした。この成形体の表面をジルコニア粉にジルコニアゾルを配合したスラリーで被覆して乾燥した後、Ti製円筒缶内に充填したジルコニア粉中に埋設した。40℃、 10^{-2} Torrの減圧下でナフタリンを昇華除去してからアルゴン雰囲気中、1200℃、1000kgf/cm²でHIP処理を行い所要形状のNb₃Sn超伝導体を得た。

実施例3

5

TiC粉400g、Ti粉100g、パラジクロルベンゼン粉末180gを配合して攪拌機でよく混合した。この混合物を70℃に加熱して金型内へ2kgf/cm²で圧入して成形体とした。この成形体の周囲にイットリア粉を被覆してHIPによって成形体の周囲に約5mmのイットリアのシェル層を形成した後、パラジクロルベンゼンを昇華除去した。次いで、イットリアで被覆した成形体をTi製円筒缶中に充填したイットリア粉中に埋没して、Ar雰囲気中1250℃、1000kgf/cm²でHIP処理を行ってTiAl製タービン動翼を得た。

実施例4

TiAl粉450g、Ti粉5g、ジクロルナフタリン165gの配合物を攪拌機でよく攪拌した後、この混合物を60℃に加熱して金型内へ2kgf/cm²で圧入して成形体とした。この成形体表面をアルミナゾルにアルミナ粉を配合したスラリーで被覆して乾燥してから、Pt製円筒缶中に充填したアルミナ粉中にセットし、ジクロルナフタリンを昇華除去した後、Ar雰囲気1550℃、1000kgf/cm²の条件下でHIP処理を行いTi-TiC製タービンノズルを得た。

実施例5

Nb粉500g、キシロキノン90gの配合物を攪拌機でよく混合した後、60℃に加熱して金型へ3kgf/cm²で圧入した。得られた成形体の周囲をイットリア粉で被覆した後HIP処理を行って成形体の表層部に約8mm厚のセラミックシェル層を形成した。次いで、シェル層に包まれた成形体をNb製円筒缶中に充填したイットリア粉中にセットし、常温下でキシロキノンを昇華除去した後Ar雰囲気中、1600℃、1000kgf/cm²でHIP処理を行ってNb製タービンノズルを得た。

【0018】実施例6

ステンレス鋼粉500g、ジクロル安息香酸粉末100gを攪拌機で均一に混合した後、この混合物を165℃に加熱して金型へ注入して成形体とした。この成形体

6

を冷間加圧用容器内のアルミナ粉中へ埋設した。最初に100kgf/cm²で予加圧した後、ジクロル安息香酸を予加圧成形体から昇華させて除去した。次いで、1000kgf/cm²で加圧し、ステンレス鋼成形体とした。これをAr雰囲気中、1250℃で加熱してバルブボディー焼結品を得た。

【0019】実施例7

Y₂O₃含有Ni基超耐熱合金粉500g、ジエトオキサル酸粉末120gを攪拌機で均一に混合した後、この混合物を90℃に加熱して金型へ2kgf/cm²で圧入して成形体とした。この成形体を加圧用キャビティ内のアルミナ粉中へ埋設、ジエトオキサル酸を予成形体から昇華除去した後、1000℃、1000kgf/cm²で加圧した。引続きこの成形体をAr雰囲気中、1100℃で焼結を行って、ガスタービン用ノズル翼を得た。

【0020】実施例8

Ni₃Al粉500g、パラジクロルベンゼン粉末100g、ナフタリン粉末50gを攪拌機で均一に混合した後、この混合物を75℃に加熱して金型へ注入して成形体とした。この成形体をステンレス容器内のジルコン粉中に埋設し、冷間にて150kgf/cm²で加圧した。次いで、パラジクロルベンゼンを冷間加圧成形体から昇華させて除去した。次いで、成形体を含む加圧容器をHIP装置内にセットし、Ar雰囲気中、1250℃、1000kgf/cm²で加熱、加圧処理を行ない、空隙率の極めて小さなタービン翼を得た。

【0021】

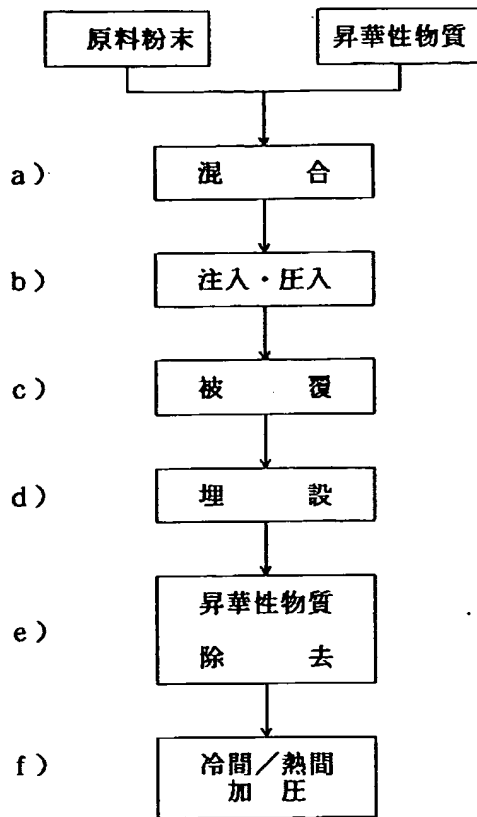
【発明の効果】この発明によって、以上詳しく説明した通り、複雑形状の成形品であっても、密度、組成、さらには特性の均一化が向上し、簡便に、低コストプロセスとして粉末成形品製造が可能となる。

【図面の簡単な説明】

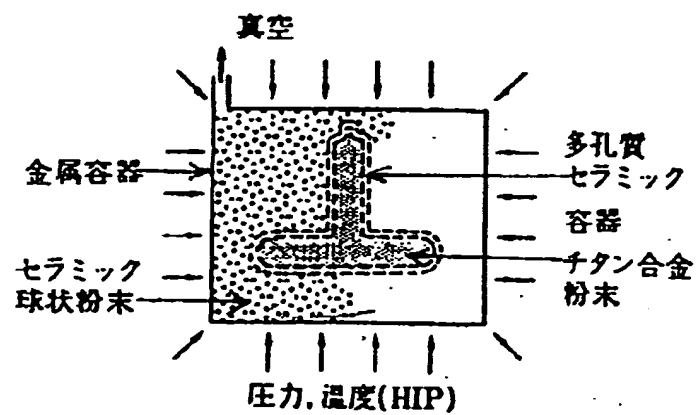
【図1】この発明の方法を例示した工程フロー図である。

【図2】従来の方法を例示した断面図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 遠藤 博司
愛知県海部郡弥富町大字荷之上字六十人
461番地 の30